

STUDI PENYEDIAAN NANOKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG SAWIT (TKS)

Fenny Aulia, Marpongahtun, Saharman Gea

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sumatera Utara
Jl. Bioteknologi No. 1 Kampus USU, Medan

Abstrak

Isolasi dan karakterisasi nanokristal selulosa dari alfaselulosa yang berasal dari Tandan Kosong Sawit (TKS) telah dilakukan. Tandan Kosong Sawit (TKS) didelignifikasi dengan HNO_3 3,5% dan NaNO_2 , diendapkan dengan NaOH 17,5%, dan proses pemutihan dengan H_2O_2 10%. Nano kristal selulosa diperoleh melalui proses hidrolisis menggunakan H_2SO_4 45%. Struktur permukaan nanokristal selulosa dianalisa dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) dan hasilnya menunjukkan nano kristal selulosa yang dihasilkan berukuran 79 nm. Analisa degradasi termal dengan menggunakan Thermogravimetry Analysis (TGA) menunjukkan bahwa nanokristal selulosa mulai terdekomposisi pada suhu 160°C . Hal ini menunjukkan proses isolasi nanokristal selulosa dari α -Selulosa telah terjadi.

Kata kunci : tandan kosong sawit, hidrolisis, nanokristal selulosa

Abstract

Isolation and characterization cellulose nanocrystal of alpha cellulose from Palm Empty Fruit Bunch (EFB) have been performed. Oil Palm Empty Fruit Bunch (EFB) was delignificated with 3,5% HNO_3 and NaNO_2 , precipitated with 17.5% NaOH , bleaching process with 10% H_2O_2 . Nanocrystal obtained through the hydrolysis of alpha cellulose using 45% H_2SO_4 . Nanocrystal surface structures cellulose analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM) and the results show that the resulting cellulose Nanocrystal size 79 nm. Analysis of thermal degradation using Thermal Gravimetric Analysis (TGA) showed that cellulose Nanocrystal starting temperature of 160°C decomposes. It shows the process of cellulose Nanocrystal isolation of alpha cellulose has occurred.

Keywords: empty fruit bunches palm, hydrolisys, nanocrystal cellulose

1. Pendahuluan

Tanaman kelapa sawit (*Elaeis guinensis* Jack) berasal dari Nigeria, Afrika Barat, pada kenyataannya tanaman kelapa sawit hidup subur di luar daerah asalnya, seperti Malaysia, Indonesia, Thailand, dan Papua Nugini. Bahkan mampu memberikan hasil produksi per hektar yang lebih tinggi. Indonesia merupakan penghasil utama minyak sawit⁽³⁾.

Kelapa sawit menghasilkan limbah yang dapat memberikan manfaat yang besar bagi kehidupan, diantaranya sebagai pupuk organik dan sebagai arang aktif. Salah satu limbah padat industri kelapa sawit adalah tandan kosong sawit (TKS). Tandan kelapa sawit merupakan salah satu limbah padat industri kelapa sawit. Tandan kosong sawit juga menghasilkan serat kuat sebagai bahan pengisi dalam produk serat berkaret, diantaranya jok mobil, matras dan papan komposit. Limbah padat mempunyai cirri khas pada komposisinya. Komponen terbesar dalam limbah padat tersebut adalah selulosa, disamping komponen lain meskipun lebih kecil seperti abu, hemiselulosa, dan lignin. Tandan kelapa sawit merupakan salah satu limbah padat industri kelapa sawit. Tandan kosong sawit juga menghasilkan serat kuat sebagai bahan pengisi dalam produk serat berkaret, diantaranya jok mobil, matras dan papan komposit⁽³⁾.

Selulosa merupakan polimer karbohidrat yang tersusun atas β -D Glukopiranosida dan terdiri dari tiga gugus hidroksi per anhidro glukosa menjadikan selulosa memiliki derajat fungsionalitas yang tinggi. Selulosa merupakan biopolimer yang berlimpah di alam, dapat diperbaharui, mudah terurai, dan juga non toksik. Sebagai materi yang dapat diperbaharui, selulosa dan turunannya dapat dipelajari dengan baik. Bahan dasar selulosa telah digunakan lebih dari 150 tahun dalam berbagai macam aplikasi, seperti makanan, produksi kertas, biomaterial, dan dalam bidang kesehatan⁽²⁾.

Nanokristal sebagai bahan yang berperan dalam pembuatan obat – obatan yang selama ini diimpor ke Indonesia

sehingga harga obat relatif meningkat. Dengan adanya penelitian isolasi nano selulosa ini, dapat diketahui hasil selulosa yang didapat dari Tandan Kosong Sawit (TKS) dengan proses ligninifikasi, pemurnian alfa selulosa, serta hidrolisis dengan asam untuk mengendapkan nano selulosa. Setelah itu di karakterisasi dengan menggunakan Scanning Electronic Microscopy (SEM). Isolasi nano selulosa dari tandan kosong sawit di lakukan dengan pengendapan melalui hidrolisis asam dengan menggunakan asam sulfat pada suhu 45° C selama 30 menit⁽¹⁾.

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan-bahan

Tandan Kosong Sawit ((TKS), Aquadest, HNO₃ 3,5%, NaNO₂, NaOH 2%, NaSO₃ 2%, NaOCl 1,75%, NaOH 17,5%, H₂O₂ 10%, Aquabidest, H₂SO₄ 45%, Membran dialisis 25 Amstrong.

2.2 Alat-alat

Alat-alat yang dipergunakan berupa alat-alat kaca yang biasa dipergunakan dilaboratorium, Neraca Analitis, Kertas Saring Biasa, Termometer, Hot Plate, Oven, Indikator Universal, Desikator, Sentrifugator, Seperangkat alat SEM, Seperangkat alat TGA.

2.3. Cara Kerja

2.3.1 Preparasi Serbuk Tandan Kosong Sawit (TKS)

Tandan Kosong Sawit dicuci dan direndam dalam air selama 2 jam. Selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari selama 2 hari. Digunting – gunting hingga diperoleh serat halus.

2.3.2 Ekstraksi α -Selulosa dari Tandan Kosong Sawit

Sebanyak 75 gram serat TKS dimasukkan ke dalam beaker glass, kemudian ditambahkan 1 L campuran HNO₃ 3,5% dan 10 mg NaNO₂, dipanaskan di atas hot plate pada suhu 90° C selama 2 jam. Setelah itu disaring dan ampas dicuci hingga filtrate netral. Selanjutnya di digesti

dengan 750 ml larutan yang mengandung NaOH 2% dan Na₂SO₃ 2% pada suhu 50° C selama 1 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai netral. Selanjutnya dilakukan pemutihan dengan 250 ml larutan NaOCl 1,75% pada temperatur mendidih selama 0,5 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai pH filtrate netral. Setelah itu dilakukan pemurnian Alfa Selulosa dari sampel dengan 500 ml larutan NaOH 17,5% pada suhu 80° C selama 0,5 jam. Kemudian disaring, dicuci hingga filtrat netral. Dilanjutkan pemutihan dengan H₂O₂ 10% pada suhu 60° C dalam oven selama 1 jam. Kemudian disimpan dalam desikator.

2.3.3 Isolasi nanokristal selulosa dari α -Selulosa

Sebanyak 1 gram α -Selulosa dilarutkan dalam 25 ml H₂SO₄ 45% pada suhu 45° C selama 45 menit. Kemudian didinginkan dan ditambahkan dengan 25 mL aquabidest, lalu dibiarkan selama satu malam hingga terbentuk suspensi. Suspensi yang terbentuk disentrifugasi dengan kecepatan 10000 rpm selama 20 menit hingga pH netral. Kemudian diultrasonifikasi selama 10 menit, setelah itu dimasukkan ke dalam membran dialisis dan rendam dalam 100 ml aquabidest, diamkan selama 4 hari sambil distirer. Kemudian aquabidest diuapkan pada suhu 70° C untuk mendapatkan nanokristal selulosa.

2.3.4 Uji Morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Penggunaan SEM diawali dengan merekatkan sampel dengan stab yang terbuat dari logam spesimen palladium. Kemudian sampel dibersihkan dengan alat peniup, sampel di lapisi dengan emas dan palladium dalam mesin dionspater yang bertekanan 1492×10^{-2} atm. Sampel selanjutnya dimasukkan ke dalam ruangan yang khusus dan kemudian disinari dengan pancaran electron bertenaga 10 kV sehingga sampel mengeluarkan elektron sekunder dan elektron terpental yang dapat di deteksi dan *detector scientor* yang

kemudian diperkuat dengan suatu rangkaian listrik yang menyebabkan timbulnya gambar CRT (*Chatode Ray Tube*). Pemotretan dilakukan setelah memilih bagian tertentu dari objek (sampel) dan perbesaran yang diinginkan sehingga diperoleh foto yang baik dan jelas.

2.3.5 Uji degradasi termal menggunakan *Thermogravimetry Analysis* (TGA)

Sampel ditimbang dengan massa 12,272 mg dan dipanaskan pada suhu kamar sampai 612°C dengan laju pemanasan 10°C/menit. Analisis dilakukan dengan menaikkan suhu sampel secara bertahap dan menentukan berat terhadap perubahan temperature. Suhu dalam metode pengujian mencapai 650°C atau lebih. Perubahan berat akibat proses pemanasan dapat ditentukan langsung dari termogram yang terhasil. Setelah data diperoleh, dapat ditentukan dekomposisinya.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil

3.1.1 Isolasi α -Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS)

Hasil dari penelitian ini, berupa pulp berwarna kuning kecoklatan. Proses terakhir dilakukan pemutihan menggunakan hidrogen peroksida 10% α -selulosa yang dihasilkan dari proses ini memiliki bentuk berupa pulp berwarna putih yang kemudian dapat dikeringkan pada oven pada suhu 60°C. Untuk mengetahui bahwa pulp yang diperoleh merupakan α -selulosa dilakukan uji kualitatif menggunakan natrium hidroksida 17,5 %.

3.1.2 Isolasi Nanokristal selulosa dari α -Selulosa

Nanokristal selulosa yang diisolasi dari α -Selulosa berupa kristal bening berbentuk jarum. Pembuatan nanokristal selulosa terdiri atas beberapa tahapan, yaitu hidolisis, penetralan dengan proses sentrifugasi, dan proses isolasi nanokristal selulosa menggunakan dialisis membran.

Proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan H_2SO_4 45%. Diperlukan konsentrasi 45% agar diperoleh nanokristal selulosa yang baik, jika menggunakan yang pekat akan terhidrolisis menjadi glukosa. Sentrifugasi dalam proses ini diperlukan agar nanokristal yang dihasilkan menjadi netral setelah dihidrolisis dengan asam. Proses penetralan menggunakan aquabidest agar dihasilkan nanokristal yang lebih murni.

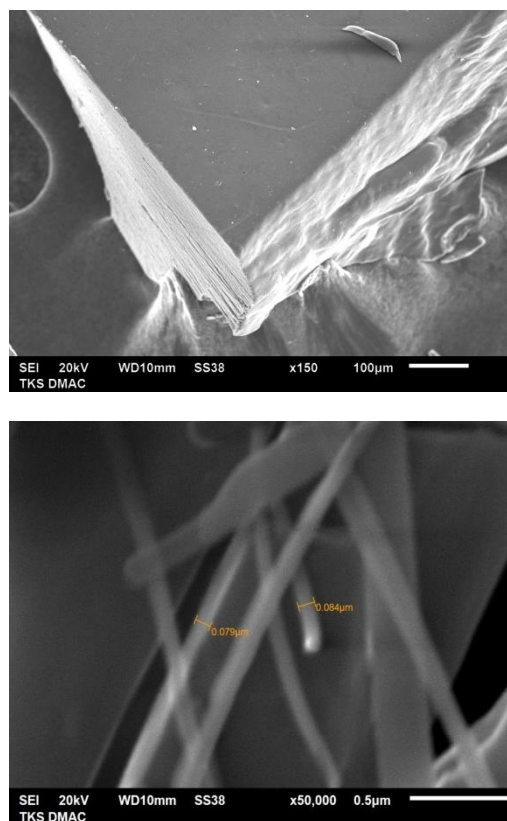
Proses selanjutnya isolasi nanokristal selulosa menggunakan membran dialisis, disertai perendaman didalam aquabidest dan menggunakan stirer yang bertujuan agar nanokristal lebih cepat keluar dari membran. Proses ini berlangsung selama 4-8 hari. Setelah itu, dilakukan penguapan agar diperoleh nanokristal yang diinginkan. Kemudian dilakukan analisis menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui ukuran permukaan nanocrystal dan analisis termal menggunakan TGA untuk mengetahui suhu dekomposisi nanocrystal selulosa yang diperoleh dari hasil penelitian.

Pada penelitian Nanokristal sebelumnya, hidrolisis dengan H_2SO_4 akan mengalami perubahan struktur fisik (bentuk serat) pada sekitar 65% H_2SO_4 . Perubahan struktur dan pola reaksi ini akibat adanya pengaruh asam dan temperatur menunjukkan bahwa faktor utama penyebab perubahan struktur selulosa adalah pemecahan ikatan hidrogen. Dalam hidrolisis dengan asam encer, reaksi hidrolisis berlangsung menghasilkan hidro selulosa dengan derajat polimerisasi yang rendah, tetapi kristalinitas yang lebih tinggi. Hidrolisis selulosa sangat dipengaruhi oleh derajat kristalinitas dan pembengkakan selulosa. Reaktivitasnya juga dipengaruhi oleh disintegrasi atau prosedur dekrystalisasinya. Pada saat pre-treatment dilakukan menggunakan H_2SO_4 60%, proses hidrolisis menjadi sangat lamban. Tetapi pada saat penambahan diatas 65%, sebagian besar selulosa dibubarkan. Ketika hal itu terjadi, dilakukan pengenceran dengan air, sehingga bagian dari selulosa

yang terlarut tersebut dapat diendapkan. Dari hasil penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa keadaan selulosa mempengaruhi hidrolisis⁽⁵⁾.

4.2. Pembahasan

4.2.1 Analisa Struktur Permukaan dengan SEM

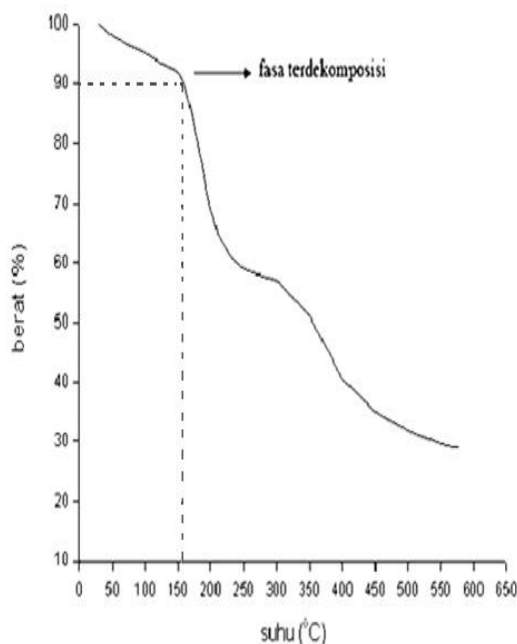


Gambar (i) a. Agregat Nanokristal Selulosa (150x) b. Nanokristal tunggal Selulosa (50000x)

Analisa struktur permukaan nanokristal selulosa dilakukan dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) dilakukan untuk melihat struktur permukaan nanokristal selulosa. Dari hasil SEM yang diperoleh, pada gambar (i) a pada perbesaran 150x terlihat bahwa ada sekumpulan kristal yang teraglomerasi. Pada gambar (i) b pada perbesaran 50000x terlihat bahwa Kristal tunggal dalam ukuran nano, yaitu antara 79-84 nm.

Gambar(i) a dan (i) b menunjukkan bahwa Nanokristal Selulosa telah berhasil diisolasi dari Tandan Kosong Sawit (TKS).

4.2.2 Analisa Degradasi Termal Nanokristal selulosa



Gambar (ii) Grafik TGA

Gambar (ii) menunjukkan perubahan berat yang menunjukkan bahwa nanokristal selulosa mulai terdekomposisi pada suhu 160°C. Penghilangan berat merupakan fungsi temperatur. Terdapat dua puncak yang diperoleh dari kurva termogravimetri yang dihasilkan dari penelitian. Puncak yang pertama berkisar pada suhu 150-200°C dan puncak yang kedua berkisar antara suhu 300-350°C.

Termogravimetri menggunakan atmosfer nitrogen untuk mencegah terjadinya degradasi dini. Residu dari Nanokristal Selulosa adalah 28%. Hal ini menunjukkan bahwa Nanokristal Selulosa tidak dapat melebur secara permanen.

5. Kesimpulan dan Saran

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai studi penyediaan nanokristal selulosa, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

- 1) diperoleh dari tandan kosong sawit melalui proses delignifikasi, pengendapan, dan pemutihan adalah berupa pulp berwarna putih.
- 2) Isolasi Nanokristal Selulosa dari α -Selulosa melalui proses hidrolisis berupa kristal jarum bening. Analisa struktur permukaan Nanokristal Selulosa menggunakan Scanning Electron Microscopy menunjukkan bahwa nanokristal yang diperoleh berukuran 79 nm. Analisa degradasi termal menggunakan Thermogravimetry Analysis (TGA) menunjukkan bahwa Nanokristal Selulosa terdegradasi pada suhu 160°C dan memiliki residu 28%.

5.2. Saran

Berdasarkan pada penelitian yang dilakukan, penulis menyarankan agar analisa morfologi nanokristal dilakukan dengan Transmission Electron Microscopy (TEM), dan dilihat dari berbagai aplikasi nanokristal selulosa, perlu dilakukan beberapa cara pengolahan Nanokristal Selulosa yang akan disesuaikan dengan aplikasi baik dibidang kesehatan maupun dibidang industri

DAFTAR PUSTAKA

1. Bledzki, A-K, Gassan J., 1990. *Composites Reinforced with Cellulose Based Fibres*. Prog Polym Sci.
2. Coffey, D.G., D. A. Bell and A. Handerson. *Cellulose and Cellulose Derivates*. New York.
3. Fauzi, I. Y., 2003. *Kelapa Sawit*. Jakarta: Penebar Swadaya.
4. Qianxiang, Y. Y. Lee, Par O. Petterson and Robbert W., 2003. *Heterogeneous Aspect of Acid Hydrolysis of α -Cellulose*. Auburn: University Auburn.

